

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-279693

(43)Date of publication of application : 05.10.1992

(51)Int.Cl.

C09K 11/08  
H01J 9/22

(21)Application number : 02-417002

(71)Applicant : NICHIA CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 29.12.1990

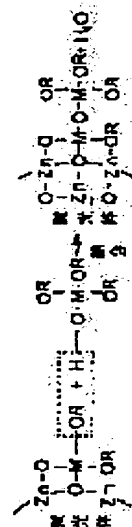
(72)Inventor : TANAKA KANJI  
HIDA TAKASHI

## (54) SURFACE COATING OF FLUORESCENT MATERIAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To effectively protect the surface of fluorescent particle by coating the surface with a uniform film.

CONSTITUTION: A fluorescent material is dispersed in an organic solvent and the surface of the fluorescent material particle is coated with a metal oxide or composite metal oxide by the hydrolysis reaction of one or more metal alcoholates. The reaction rate of metal alcoholate varies with the amount of water added to the system. A uniform film can be applied to the surface of a fluorescent material by this process by utilizing the hydrolysis of originally stable metal alcoholate and controlling the addition amount of water to control the reaction rate in a state to slowly proceed the reaction. Accordingly, the whole fluorescent particles can be protected with uniform thin film.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**BEST AVAILABLE COPY**

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**BEST AVAILABLE COPY**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2946763号

(45) 発行日 平成11年(1999) 9 月 6 日

(24) 登録日 平成11年(1999) 7 月 2 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I	
C09K 11/08		C09K 11/08	G
H01J 9/22		H01J 9/22	S
// C09K 11/56	CPC	C09K 11/56	CPC

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平2-417002

(22) 出願日 平成 2 年(1990) 12 月 29 日

(65) 公開番号 特開平4-279693

(43) 公開日 平成 4 年(1992) 10 月 5 日

審査請求日 平成 9 年(1997) 2 月 26 日

(73) 特許権者 000226057  
日亜化学工業株式会社  
徳島県阿南市上中町岡491番地100

(72) 発明者 田中 寛治  
徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜  
化学工業株式会社内

(72) 発明者 肥田 隆司  
徳島県阿南市上中町岡491番地100 日亜  
化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 豊栖 康弘

審査官 柳 和子

(56) 参考文献 特開 平 1 - 284583 (J P, A)

特開 昭63-56593 (J P, A)

特開 平 1 - 110590 (J P, A)

特開 平 3 - 231987 (J P, A)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 蛍光体の表面被覆方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機溶媒中に蛍光体を分散状態とし、1種または複数の金属アルコラートの加水分解反応を利用して、蛍光体粒子の表面を金属酸化物、または金属の複合酸化物で被覆することを特徴とする蛍光体の表面被覆方法において、

蛍光体を有機溶媒中に分散した蛍光体懸濁液に、前記蛍光体 100 重量部に対し、0.2 モル/hour 以下の割合で金属アルコラートを添加し、同時に添加する金属アルコレート 1 モルに対し 0.01 ~ 5.0 モルの割合で水を添加しながら、蛍光体粒子の表面を金属アルコラートの酸化物又は複合酸化物で被覆することを特徴とする蛍光体の表面被覆方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

2

【産業上の利用分野】 この発明は、蛍光体表面に金属酸化物を均一に被覆する蛍光体の表面被覆方法に関する。

【0002】

【従来の技術及びその問題点】 蛍光体を表面処理すると、粒子が保護され、また、塗布特性を改善することができる。例えば、下記の蛍光体は次の目的で表面処理される。

- ① ZnS 系、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S 系の蛍光体は表面の改質、
- ② CaS 系、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S 系、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 系の蛍光体は、加水分解防止、
- ③ ZnS 系、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S 系の蛍光体は、耐酸、耐アルカリ性向上、
- ④ ZnS 系の蛍光体は UV 劣化の防止、
- ⑤ ZnS 系、Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 系、Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> 系の蛍光体、及び弁柄やアルミン酸コバルト等の顔料付

10

き蛍光体は、電子線劣化防止。

【0003】これらの目的を実現するために蛍光体粒子の表面に無機質の微細粒子を付着する方法が刊行物に発表されている。(特公昭62-21675号公報)この公報には、蛍光体粒子表面に付着する無機質微粒子として、ケイ酸を使用している。ケイ酸を使用して、蛍光体粒子表面をケイ酸塩もしくはシリカで被覆するには、おおよそ下記の工程による。① 蛍光体を水に懸濁する。② 蛍光体の懸濁液に、シリケート化合物を添加する。③ かくはんしながら硫酸亜鉛の溶液を添加し、所定のpHに調整する。④ ケイ酸化合物が生成して、蛍光体粒子の表面に付着する。また特公昭49-43076号公報には、ケイ酸塩に代わって、蛍光体粒子の表面に、アルミニウムリン酸塩を付着する方法が開示されている。この方法は、リン酸イオンを添加した蛍光体懸濁液に、アルミニウムイオンを添加し、金属イオンとリン酸イオンとを結合させ、不溶性金属リン酸塩として蛍光体の粒子表面に付着する技術である。また特公昭59-37037号公報には、シリカを溶解したコリンのアルカリ溶液を用いて、蛍光体の表面をシリカの連続被膜で被覆する方法が開示されている。

#### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記のように従来、蛍光体の表面処理方法において、表面処理物質として、蛍光体表面に付着または被覆されていた物質は、取扱いの容易性、価格、ガラスパネルへの塗布特性等の要因から、そのほとんどがケイ酸塩化合物またはシリカであった。しかしながら従来のシリカを付着させる表面処理方法では、蛍光体の表面に均一な膜を設けることが非常に難しい欠点があった。例えば特公昭62-21675号公報のように、シリカを亜鉛イオン、又はアルミニウムイオン等の金属イオンで凝集させて、蛍光体表面にケイ酸塩を付着させる技術は、ケイ酸イオンが亜鉛イオンによって凝集され、シリカとなる速度が速く、蛍光体表面にシリカが微粒子となって不均一に付着した。またリン酸アルミニウムを付着させる技術も同様に微粒子を付着させる技術である。特公昭59-37037号公報に記載された技術は、製造工程が長く、また連続被膜も不均一な膜となりやすい欠点があった。

【0005】この発明は、上記欠点を解決することを目的に開発されたもので、この発明の重要な目的は、シリカを用いずに、蛍光体粒子の表面を均一な膜で被覆でき、蛍光体粒子を効果的に保護して表面を改質できる蛍光体の表面被覆方法を提供するにある。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】この発明は、前述の目的を達成するために、金属アルコラートの溶液中に蛍光体を分散状態とし、金属アルコラートの加水分解反応を利用して、蛍光体粒子の表面を金属酸化物で均一に被覆する。

【0007】この発明の表面被覆方法は、金属アルコラートを加水分解することによって、蛍光体粒子の表面に金属酸化物を容易に被覆している。金属アルコラートは加水分解反応と、脱水縮合反応とを経過して、蛍光体の表面に付着される。すなわちこの発明の表面被覆方法は、金属アルコラートを加水分解させて水酸化物と、脱水縮合反応によって、金属酸化物として直接蛍光体表面に被覆させる。この反応は連鎖反応的な逐次反応であり、加水分解に必要な水分で反応速度を調整できる。つまり添加された金属アルコラートは、反応を開始した部分から徐々に反応して、蛍光体の表面に均一な膜として付着する。さらに得られた金属酸化物被膜は、この状態で効果的に蛍光体粒子表面を保護するが、450度付近の温度でベーキングすることによってさらに強固に蛍光体粒子表面を被覆することができる。

【0008】この反応経過の一例を図1ないし図4に示している。但し、これらの図において、Rは炭化水素基( $C_nH_{2n+1}$ )を示す。またこれらの図は4価金属(M)の反応を示している。加水分解する前の金属アルコラートは比較的安定な状態にある。この状態にある金属アルコラートに水が添加され、図1に示す状態に反応すると、電荷のバランスが崩れて反応性が高くなり、加水分解を起こしやすい状態となる。図1の反応は金属アルコラートのORと、水のHとが反応してアルコールとなり、金属アルコラートにはORに代わってOHが結合する。さらに金属アルコラートは図2に示すようにHとO-Rとが分離してアルコールとなり、それ自体は、蛍光体に結合する。さらにまた、図3に示すように、蛍光体に結合した金属アルコラートのORと水のHとが反応してアルコールができ、蛍光体に被覆する金属アルコラートのORがOHに置換される。その後、図4に示すように蛍光体に結合した金属アルコラートのOHと、図1の状態に加水分解して蛍光体のHとが反応して、脱水反応が起こり、蛍光体の表面に連鎖的に金属酸化物が結合されると考えられる。

【0009】このように、この発明の表面被覆方法は、安定な金属アルコラートの一部を反応性を高くして、その部分から徐々に反応させて蛍光体表面に付着させている。金属アルコラートの反応性は、電荷のバランスが崩れることによって高くなる。金属アルコラートは、一部を水酸基に置換し、あるいはこれを蛍光体の表面に付着することによって電荷のバランスが崩れる特性がある。

【0010】このように、この発明の蛍光体の表面被覆方法は、有機溶媒中で安定な金属アルコラートを使用することによって、反応速度を調節し、徐々に反応する連鎖反応的な逐次反応を利用して蛍光体粒子表面に均一な被膜を形成している。さらに金属アルコラートの加水分解反応は、単位時間に添加する水量を調節して簡単に制御できる。単位時間に添加する水量を多くすると反応が速くなり、反対に水量を少なくすると反応が遅くなる。

5

【0011】蛍光体懸濁液に、単位時間に添加する金属アルコラートの量と、水量とは、蛍光体の表面に均一な薄膜ができる範囲に添加量を調整する。単位時間に添加する金属アルコレート及び水の添加量が多すぎると、蛍光体の表面に均一な膜を形成することができない。金属アルコラートの添加量は、有機溶媒中に分散された蛍光体100gに対して、0.2モル/hour以下、好ましくは、0.0005モル～0.1モル/hourの範囲に調整されていることが好ましい。さらに水の添加量は、添加する金属アルコレート1モルに対して、0.01～5.0モルの範囲に調整される。

## 【0012】

## 【実施例】（実施例1）

① ZnS:Ag,Al蛍光体100gを300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Zr(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub> [日本曹達製 濃度89.9%]と、n-ブタノールとの混合液を滴下する。Zr(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub>の使用量は6.7g、n-ブタノールの使用量は50ccとする。滴下流量は2.5cc/分とする。④ ③の操作と同時に、水と、n-ブタノールとの混合液を滴下する。水の使用量は3cc、n-ブタノールの使用量は100cc、また滴下流量は2.5cc/分とする。⑤ 滴下終了後、30分かきはんする。⑥ かきはんを止め、静置して蛍光体を沈降させる。⑦ 脱水して、蛍光体を分離する⑧ 分離した蛍光体を100～130℃で乾燥した後、300メッシュのフルイにかけ、表面にZrO<sub>2</sub>膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

## 【0013】（実施例2）

① ZnS:Ag,Al蛍光体を、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Sn(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub> [日本化学産業製 濃度40.23%]と、n-ブタノールとの混合液を滴下する。Sn(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub>の使用量は8.7g、n-ブタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にSnO膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

## 【0014】（実施例3）

実施例2で有られた蛍光体を、空気雰囲気、450℃で1時間焼成した。ここで得られた蛍光体は、表面がSnO<sub>2</sub>膜で被覆されていた。

## 【0015】（実施例4）

① ZnS:Ag,Al蛍光体を、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Ti(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> [和光純薬製 濃度95%]とn-ブタノールとの混合液を滴下する。Ti(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub>の使用量は6.2g、n-ブタノール

6

の使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にTiO<sub>2</sub>膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

## 【0016】（実施例5）

① ZnS:Ag,Al蛍光体を、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Al(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub> [和光純薬製 固形 純度約100%]のトルエン溶液を滴下する。Al(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>の使用量は8.0g、トルエンの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

## 【0017】（実施例6）

① ZnS:Ag,Al蛍光体を、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、In(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub> [和光純薬製 固形 純度約100%]のトルエン溶液を滴下する。In(O<sub>i</sub>...C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>の使用量は4.2g、トルエンの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にIn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

## 【0018】（実施例7）

① CaS:Eu蛍光体100gを、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Zr(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub> [日本曹達製 濃度89.9%]とn-ブタノールとの混合液を滴下する。Zr(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub>の使用量は6.7g、n-ブタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にZrO<sub>2</sub>膜を被覆したCaS:Eu蛍光体を得た。

## 【0019】（実施例8）

① CaS:Eu蛍光体100gを、300ccのn-ブタノールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Ta(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub> [高純度化学研究所製]とエタノールとの混合液を滴下する。Ta(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>の使用量は5.0g、エタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>膜を被覆したCaS:Eu蛍光体を得た。

## 【0020】（実施例9）

① CaS:Eu蛍光体100gを、300ccのエタノールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Nb(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub> [高純度化学研究所製]とエタノールとの混合液を滴下する。Nb(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>の使用量は5.0g、エタノールの使用量は50cc、滴下

流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>膜を被覆したCaS:Eu蛍光体を得た。

#### 【0021】(実施例10)

① CaS:Eu蛍光体100gを、300ccのエタノールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Sb(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>〔高純度化学研究所製〕とエタノールとの混合液を滴下する。Sb(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>の使用量は5.0g、エタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にSb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜を被覆したCaS:Eu蛍光体を得た。

#### 【0022】(実施例11)

① CaS:Eu蛍光体100gを、300ccのエタノールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、VO(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>〔高純度化学研究所製〕とエタノールとの混合液を滴下する。VO(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>の使用量は5.0g、エタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面にV<sub>2</sub>O<sub>5</sub>膜を被覆したCaS:Eu蛍光体を得た。

#### 【0023】(実施例12)

① ZnS:Ag,Al蛍光体100gを300ccのi s oプロピルアルコールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、In(Oi . . . C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>〔和光純薬製 濃度100%〕とSn(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub>〔日本化学産業製 濃度40.23%〕との混合i s oプロピルアルコール溶液を滴下する。In(Oi . . . C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>の使用量は7.2g、Co(Oi . . . C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub>の使用量は0.87g、i s oプロピルアルコールエタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面処理した蛍光体を得た。その後、得られた蛍光体を石英坩堝に充填し、実施例3と同様に空气中で450℃で焼成して、表面にITO(Indium Tin Oxide)膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

#### 【0024】(実施例13)

① ZnS:Ag,Al蛍光体100gを300ccのi s oプロピルアルコールに懸濁し、かくはんして、分散させる。② 蛍光体の懸濁液を35℃に加温する。③ 蛍光体懸濁液に、Co(Oi . . . C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>2</sub>〔日亜化学工業株式会社製〕とAl(Oi . . . C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>〔和光純薬製 固形 純度約100%〕との混合i s oプロピルアルコール溶液を滴下する。Co(Oi . . . C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>2</sub>の使用量は9.35g、Al(Oi . . . C

<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>3</sub>の使用量は4.8g、i s oプロピルアルコールエタノールの使用量は50cc、滴下流量は2.5cc/分とした。④～⑧の工程は実施例1と同様にして、表面に顔料としてのアルミン酸コバルト膜を被覆したZnS:Ag,Al蛍光体を得た。

#### 【0025】(比較例)

ZnS:Ag,Al蛍光体100gを水200ccに分散させた懸濁液に、SiO<sub>2</sub>換算含量10%のカリ水ガラス5ccと、Zn含量5%硫酸亜鉛水溶液1ccとを添加し、さらにアンモニア水で懸濁液のpHを調整して、蛍光体の表面にSiO<sub>2</sub>を付着させ、得られた蛍光体を110℃で乾燥した。

#### 【0026】

【発明の効果】この発明の蛍光体の表面被覆方法は、蛍光体粒子表面を、金属酸化物の均一な膜で保護できる。蛍光体の表面処理は、均一な薄膜で保護するのを理想とする。この発明の表面被覆方法は、金属アルコラートの加水分解反応を利用して蛍光体粒子表面を保護している。金属アルコラートの加水分解は連鎖反応的な逐次反応である。金属アルコラートの逐次反応は、安定な状態から電荷のバランスを崩して反応性を高くして徐々に進行させるものである。この反応は、従来のように亜鉛イオンと水酸化イオンのように反応性の高いものを反応させるものではない。この発明は、本来は安定である金属アルコラートを、蛍光体表面に付着して反応性を高くし、あるいは、一部に水酸基を置換することによって反応性を高くして徐々に反応させている。

【0027】さらにこのことに加えて、この発明の表面被覆方法は、金属アルコラートの反応速度を、反応に必要な水の添加量を調整して、さらに制御することができる。このため、この発明の表面被覆方法は、本来は安定な金属アルコラートの加水分解を利用し、さらに水の添加量を制御して、反応速度を調整することによって、徐々に反応を進行させ、蛍光体の表面に均一な膜を被覆できる。従って、この発明の表面被覆方法は、従来の方法で表面処理された蛍光体のように、表面が不均一な粗い膜で被覆されることがなく、均一膜で表面全体を被覆できる。

【0028】また、例えばInアルコラートと、Snアルコラートとを併用して、ITO膜を得るなど、使用目的に応じた膜特性を有する蛍光体を得ることができる。

【0029】以上のことによって、この発明の方法で得られた蛍光体は、表1及び表2に示す優れた特性を実現する。ただし、これらの表の作成において、各試験は下記条件で試験した。

#### 【0030】

##### 【表1】

10

20

30

40



	実施例	1	2	3	4	5	6	比較例
	膜組成物	ZrO <sub>2</sub>	SnO	SnO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—
内部保護	7KV輝度	98.0	98.2	98.8	97.8	97.2	98.5	100
	耐酸性	70	30	60	60	30	60	20
	UV劣化	95	92	96	99	98	97	83
	h <sup>+</sup> -ニッケ	98	95	98	99	99	98	92
	Cu汚染	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.002	0.015
表面	導電性	××	×	○	×	××	○	×
	親水性	○	△	○	○	○	○	△
	分散性	○	○	○	○	○	○	△

【0031】

【表2】

	実施例	7	8	9	10	11	12	13
	膜組成物	ZrO <sub>2</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	ITO	アミン酸 コハット
内部保護	7KV輝度	98.2	97.2	98.1	98.5	98.7	96.5	96.3
	耐酸性	60	40	30	30	30	60	60
	UV劣化	96	91	93	91	90	97	99
	h <sup>+</sup> -ニッケ	98	93	95	98	94	98	99
	Cu汚染	—	—	—	—	—	0.001	0.001
表面	導電性	×	×	×	△	×	○	×
	親水性	○	○	○	○	○	○	○
	分散性	○	○	○	○	○	○	○

【0032】

50 ① 耐酸性…5%塩酸100ccに、5gの蛍光体を

入れてかくはんし、蛍光体が溶解するまでの時間を測定した。(単位 min)

② UV劣化特性…波長365nmのUVを30分間照射して、輝度の低下を測定した。ただし測定環境の湿度を90%とした。

③ パーニング…蛍光体を、加速電圧27kV、電流密度 $42\mu\text{A}/\text{cm}^2$ の電子線で30分間励起し、輝度の低下を測定した。

④ Cu汚染… $\text{Cu}^{2+}$ イオンを含む溶液を蛍光体に添加し、Cuが沈澱塗布された蛍光体を450℃で30分間焼成して、発光色の変化( $\Delta$ デルタy)を測定した。ただし、蛍光体に添加するCu量は、蛍光体に対して10ppmとした。

⑤ 導電性…一定量の蛍光体を対向する電極の間に充填して、蛍光体の表面導電性を測定した。導電性の優れたものから順に、○、△、×、××と表示した。

⑥ 親水性…蛍光体をゆっくりと水に入れ、水面での親水性を観察した。水にいれて水面から速やかに親水し、沈降するものを○、短時間経過した後に沈降するものを△、沈降しないものを×と表示した。

⑦ 分散性…主としてPVA、ADC(重クロム酸アモニウム)と界面活性剤とを含む溶液に蛍光体を添加

し、蛍光体スラリーとした状態での分散性を測定した。スラリー中の蛍光体を自然沈降させ、沈降状態を観察し、沈降しないものから順に、○、△、×で表示した。

【0033】表1に示すように、この方法で表面処理された蛍光体は、各蛍光体に要求される特性に応じて優れた特性を有する。またシリカで表面処理された従来の蛍光体に比べても優れた特性を有していた。

【0034】またこの発明の方法は、電子管の陰極に塗布されるエミッター粒子の表面処理にも使用できる。この発明の方法で表面処理されたエミッター粒子は表面が安定な被膜で被覆されているため、成分の揮発が防止できる。

【図面の簡単な説明】

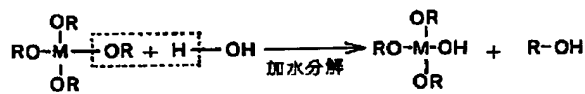
【図1】金属アルコラートの反応の一例を示す化学構造式。

【図2】金属アルコラートの反応の一例を示す化学構造式。

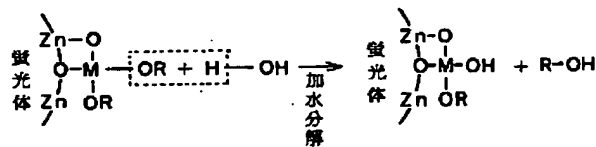
【図3】金属アルコラートの反応の一例を示す化学構造式。

20 【図4】金属アルコラートの反応の一例を示す化学構造式。

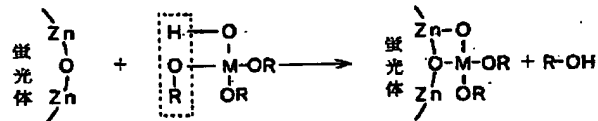
【図1】



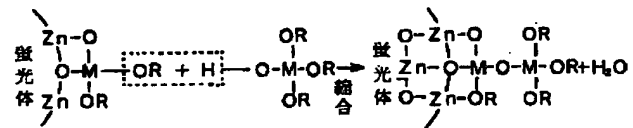
【図3】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>6</sup>, DB名)

C09K 11/00 - 11/89